

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表平9-509591

(43) 公表日 平成9年(1997)9月30日

(51) IntCl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	
A 6 1 L 15/60		9164-4C	A 6 1 F 13/18	3 0 7 A
A 6 1 F 5/44		7108-4C	5/44	H
13/46		7019-4C	A 6 1 L 15/00	
A 6 1 L 15/00		9538-4D	B 0 1 J 20/26	H
B 0 1 J 20/26		9268-4F	C 0 8 J 3/12	C E R Z
審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 59 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号 特願平7-521808
 (86) (22) 出願日 平成7年(1995)2月1日
 (85) 翻訳文提出日 平成8年(1996)8月15日
 (86) 国際出願番号 P C T / U S 9 5 / 0 1 0 6 1
 (87) 国際公開番号 W O 9 5 / 2 2 3 5 6
 (87) 国際公開日 平成7年(1995)8月24日
 (31) 優先権主張番号 0 8 / 1 9 7 . 9 1 3
 (32) 優先日 1994年2月17日
 (33) 優先権主張国 米国 (U S)
 (31) 優先権主張番号 0 8 / 2 2 4 . 4 5 3
 (32) 優先日 1994年4月7日
 (33) 優先権主張国 米国 (U S)

(71) 出願人 ザ、プロクター、エンド、ギャンブル、カンパニー
 アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナチ、
 ワン、プロクター、エンド、ギャンブル、
 ブラザ (番地なし)
 (72) 発明者 ワン、リン
 兵庫県神戸市東灘区田中町5-5-6-
 202
 (72) 発明者 レザイ、イブラヒム
 兵庫県神戸市東灘区本山北町3-8-2、
 ファミール、グラン、オカモト、202号
 (74) 代理人 弁理士 佐藤 一雄 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 改良された吸収特性を有する吸収性材料およびその製造方法

(57) 【要約】

(1) 水に不溶で、水に対して膨潤性の重合体を含んでなる複数の吸収性ゲル形成粒子、および(2) 尿の中に含まれる少なくとも1種の成分と反応し得る吸収性改良重合体の混合物を含んでなる吸収性材料。該混合物は、(i) 有機溶剤、水および吸収性改良重合体を含み、有機溶剤と水の重量比が少なくとも50:50である溶液を複数の吸収性ゲル形成粒子上に塗布し、(ii) 塗布した吸収性ゲル形成粒子から前記有機溶剤および水の一部を除去することにより製造される。吸収性材料に尿を塗布すると、吸収性ゲル形成粒子が吸収性改良重合体を通して自然に結合する。吸収性材料は、膨潤後に、(1) 液体透過性、(2) 気孔率、(3) 湿潤一体性および(4) 外部の力にさらされた時の回復特性、の様な少なくとも1種の改良された吸収性を有する。

【特許請求の範囲】

1. (1) 水に不溶で、水に対して膨潤性の重合体を含んでなる複数性ゲル形成粒子、および(2) 尿の中に含まれる少なくとも1種の成分と得る吸収性改良重合体の混合物を含んでなる、改良された吸収性を有する材料であって、前記混合物が、(i)有機溶剤、好ましくは極性有機溶剤、および前記吸収性改良重合体を含み、前記有機溶剤と前記水の重量比が少なくとも0:50、好ましくは70:30~98:2、である溶液を前記複数のゲル形成粒子上に塗布し、(ii)塗布したこの吸収性ゲル形成粒子から前記有機溶剤および水の一部を除去することにより製造されることを特徴とする、吸収性材料。

2. 前記吸収性改良重合体が陽イオン系重合体、好ましくはポリアミン、またはポリイミン材料であることを特徴とする、請求項1に記載の吸収性材料。

3. 前記尿の中に含まれる少なくとも1種の成分が、少なくとも2イオン電荷数を有する陰イオンであり、前記陽イオン系重合体が尿中の前記陰イオンの反応性を有し、前記陰イオンが好ましくはリン酸塩イオン、硫酸塩イオンまたは炭酸塩イオンであり、前記陽イオン系重合体が尿中の前記リン酸塩イオン、硫酸塩イオン、または炭酸塩イオンとの反応性を有することを特徴とする請求項2に記載の吸収性材料。

4. 前記ポリアミンが、(a)第1級アミン基を有する重合体、(b)第2級アミン基を有する重合体、(c)第3級アミン基を有する重合体、およびそれらの混合物からなる群から選択されることを特徴とする、請求項2に記載の吸収性材料。

5. 前記極性有機溶剤が、メタノール、エタノール、プロパノール、ジメチルホルムアミド(DMF)、ジメチルアセチルアミド(DMAC)の

7. (a) 液体透過性のトップシート、(b) 液体に対して不透過性のバックシート、および(c) トップシートとバックシートの間に配置された吸収性コアを含んでなる吸収性製品であって、前記吸収性コアが、請求項1～6のいずれか1項に記載の少なくとも1種の吸収性材料を、好ましくは前記吸収性コア中に記載の約60～100重量%の濃度で含んでなることを特徴とする吸収性製品の60～100重量%

9. 前記尿の中に含まれる少なくとも1種の成分が、少なくとも2イ

電荷数を有する陰イオンであり、前記陽イオン系重合体が尿中の前記陰イ
の固定数を有し、前記陰イオンが好ましくはリン酸塩イオン、硫酸塩イオン

級アミン基を有する重合体、(c)第3級アミン基を有する重合体、およびそれらの混合物からなる群から選択されることを特徴とする、請求項89に記載の方法。

11. 前記極性有機溶剤が、メタノール、エタノール、プロパノールトン、ジメチルホルムアミド(DMF)、ジメチルスルホキシド(DMSおよびヘキシルメチルリン酸トリアミド(HMP T)からなる群から選択することを特徴とする、請求項8~10のいずれか1項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

改良された吸収特性を有する吸収性材料およびその製造方法

発明の分野

本発明は、水または体液の様な液体と接触した時に膨潤し、これら液体する吸収性材料に関する。より詳しくは、本発明は、膨潤後に少なくとも改良された吸収特性を有する吸収性材料に関する。本発明は特に、おむつ用失禁パッド、衛生ナプキン等の吸収性製品に適用される。

発明の背景

水に不溶で、水に対して膨潤し得る、ヒドロゲル形成性の吸収性重合体量の液体、例えば水、体液（例えば尿、血液、月経液）、工業的に生じるおよび家庭で生じる液体、を吸収することができ、さらにその様な吸収しを通常の圧力下で保持することができる。その様な重合体材料は、それら特性により、使い捨ておむつ、成人用失禁パッドおよびブリーフの様な吸品、および衛生ナプキンの様な月経用製品に特に効果的に使用できる。

その様な吸収性製品に使用する吸収性の高い部材を開発することは、商非常に重要である。その様な製品に強く望まれる特性は、薄さである。例薄いおむつは着用する際にかさ張らず、衣類の下に良く適合し、あまり気ない。包装もより小型になり、おむつの持運びや貯蔵が容易になる。包装であれば、おむつ単位あたりの備蓄に必要な棚の空間が少なくなり、製造流通業者の流通コストも低くなる。

より薄い、おむつの様な吸収製品を提供する能力は、大量の放出された特に尿、を捕捉し、貯蔵できる比較的薄い吸収性コアまたは構造を開発すにかかっている。これに関して、「ヒドロゲル」、「超吸収性」または「

むつが開発されたのは、これらのヒドロゲルを形成する吸収性重合体の、繊維状マトリックスとの組合せで使用した場合に、放出された大量の体取できるという利点を活かした薄い吸収性コアを使用した結果に他ならな
えば、薄い、小型の、かさ張らないおむつを作るのに有用な、繊維状マト
スおよびヒドロゲルを形成する吸収性重合体を含んでなる二重層コア構造
している、米国特許第4,673,402号(Weismanら)、1987年1
6日発行、および米国特許第4,935,022号(Lashら)、1990
19日発行、を参照。

これまで、先行技術の吸収性構造は、比較的少量(例えば約50重量%
のこれらのヒドロゲルを形成する吸収性重合体を含んでなる。例えば、米
第4,834,735号(Alemanlyら)、1989年5月30日発行(好ま
繊維状マトリックス中に約9~約50%のヒドロゲルを形成する吸収性重
、を参照。これには幾つかの理由がある。先行技術の吸収性構造に使用さ
るヒドロゲルを形成する吸収性重合体は、特に「噴出」状態において、体
速に吸収できるだけの吸収速度を一般的に有していない。そのために、ヒ
ルを形成する吸収性重合体により吸収されるまで、放出された液体を保持
めの一時的な貯蔵部として作用する繊維、一般的に木材パルプ繊維、を含
があった。

より重要なのは、公知のヒドロゲルを形成する吸収性重合体の多くが、
製品に高濃度で使用した場合に、ゲルブロッキングを起こしていることで

「ゲルブロッキング」は、ヒドロゲルを形成する吸収性重合体が濡れ、吸
造の他の区域に液体が移動するのを阻止するために粒子が膨潤する時に起
しなげ、吸収性材料のこれらの他の区域の膨潤は、非常に低い。

粒子が十分なゲル強度を有しておらず、粒子が吸収した液体で膨潤した時下で変形する、または広がる場合、ゲルブロッキングは特に急を要する間。米国特許第4, 834, 735号(Alemanyaら)、1989年5月30日、参照。

ゲルブロッキング現象は、一般的に繊維状マトリックスの使用を必要とし、その中にヒドロゲルを形成する吸収性重合体の粒子を分散させる。この繊維状マトリックスは、ヒドロゲルを形成する吸収性重合体の粒子を互いに分状態に保持する。この繊維状マトリックスは、最初の液体放出点から遠く区域にあるヒドロゲルを形成する吸収性重合体に液体を搬送するための毛造をも与える。例えば、米国特許第4, 834, 735号(Alemanyaら)、9年5月30日発行、参照。しかし、ゲルブロッキングを最少に抑える、避けるためにヒドロゲルを形成する吸収性重合体を繊維状マトリックス中の低い濃度で分散させると、薄い吸収性構造の全体的な液体貯蔵容量が下これらヒドロゲルを形成する吸収性重合体を低濃度で使用すると、これ料の実際的な利点、すなわち一定体積あたり大量の体液を吸収する能力、程度制限される。

一般的に、ヒドロゲルを形成する吸収性重合体のゲル強度を増加すること、ゲルブロッキングを減少させることができる。ゲル強度は、これらのから形成されたヒドロゲルの、使用応力下における変形または「流れ」傾違する。形成されたヒドロゲルが変形して吸収性構造または製品中の毛細を許容できない程度に充填し、それによって構造／製品の吸収容量ならび／製品を通る液体の流通を阻害しない様なゲル強度が必要である。高いゲ

は一般に、加圧マトリックスは、加圧マトリックスとヒドロゲルを形成する吸収

度である。吸収性製品の使用中に、ヒドロゲルを形成する吸収性重合体が水性体液を吸収できるためには、ゲル容積は十分に高い必要がある。

もう一つの考慮すべき重要なファクターは、ヒドロゲルを形成する吸収体の液体透過性である。体液の存在下で膨潤により形成されるゲル層の透たは流れ誘導性は、これらの吸収性重合体が、局所的な、または全体的なおける高濃度における吸収性コアまたは部材に使用される場合、極めて重ることが分かっている。吸収性重合体の液体透過性または流れ誘導性が不いると、形成されるゲル層の、体液を獲得し、分配する能力に直接影響すに注意すべきである。

ヒドロゲルを形成する吸収性重合体のさらに別の重要なファクターは、に存在する抽出可能な重合体材料の量である。米国特許第4,654,0 (Brandtら)、1987年3月31日発行(1988年4月19日にRe. 649として再発行)参照。多くのヒドロゲルを形成する吸収性重合体の抽出可能な重合体材料を含んでいる。この抽出可能な重合体材料は、体え

ば尿)がヒドロゲルを形成する吸収性重合体と接触している間に、形成さドロゲルからその様な体液により浸出される。その様な抽出された重合体、体液の化学的特性(例えば浸透性)および物理的特性(例えば粘度)の、液体の吸収が遅くなり、ヒドロゲルにより保持され難くなる程度に変化ことがあると考えられている。この重合体で汚染された液体は、吸収性部って搬送される効率も悪い。その様な状況により、体液が吸収性製品から漏れることがある。そのため、抽出可能な重合体材料の量が少ないヒドロ

形成する吸収性重合体を使用するものが望ましい。

体性を有し、体液の存在下で膨潤後に形成されたヒドロゲルの物理的な連、通常の使用条件にさらされても、著しく損なわれない、または変化しなを意味する。通常使用の際、吸収性製品の吸収性コアは一般的に、様々なよび方向の引張りおよび戻じり力にさらされる。これらの引張りおよび戻には、又の区域における飛び跳ね、吸収性製品を着用している人が歩く、む、屈む時などの伸ばす力および捻る力がある。湿潤一体性が不十分であ、これらの引張りおよび戻じり力によりヒドロゲルの物理的連続性が著しおよび／または崩壊することがある。その様な変化は、ヒドロゲルを形成吸収性重合体の有利な液体分配特性（透過性／流れ誘導性）を最少に抑えるは完全に無駄にすることがある。その様な変化および／または崩壊によりが移動し、吸収性製品の表面に露出し、いわゆる「ゲル－オンスキン」が生じることもある。

薄い吸収性製品に使用されるヒドロゲルを形成する吸収性重合体のさら重要なファクターは、使用後の製品に触り、取り扱う際の、ゼリー状の／ろした感触である。ヒドロゲルを形成する吸収性重合体がある区域に高濃散している場合、体液の吸収により形成される膨潤ゲルは、粒子が移動しル層であり、そのゲル層は、使用後に吸収性製品を取り扱う際の圧迫、圧の力にさらされた時に壊れる。これが、高濃度のヒドロゲルを形成する吸合体を含む吸収性製品が使用者または消費者に、外側から触った時またはう時に「湿った／どろどろした」感触を与える理由である。

そこで、本発明の目的は、必要な吸収容量を維持しながら、吸収性製品き起こされるゲルブロッキング現象を阻止することである。

本発明の別の目的は、吸収性製品に膨潤した吸収性材料が露出するのを

性製品を提供することである。

発明の概要

簡潔に言うと、本発明は吸収性材料に関する。本発明の一特徴において、性材料は、(1) 水に不溶で、水に対して膨潤性の重合体を含んでなる複吸性ゲル形成粒子、および(2) 尿の中に含まれる少なくとも1種の成分し得る、吸収性改良重合体の混合物を含んでなり、この混合物は、(i) 有機溶剤、水および吸収性改良重合体を含み、有機溶剤と水の重量比が少なくとも50である溶液を複数の吸収性ゲル形成粒子上に塗布し、(ii) 塗布した吸収性ゲル形成粒子から有機溶剤および水の一部を除去することにより調製される。

本発明はさらに、吸収性製品に関する。本発明の別の特徴において、吸収性製品は、(a) 液体透過性のトップシート、(b) 液体に対して不透過性のシート、および(c) トップシートとバックシートの間に配置された吸収性コアを含んでなり、吸収性コアが上記の吸収性材料を含んでなる。

本発明はさらに、吸収性材料の製造方法に関する。本発明のさらに別の特征において、吸収性材料の製造方法は、(1) 有機溶剤、水、および尿の中に含まれる少なくとも1種の成分と反応し得る吸収性改良重合体を含み、有機溶剤と水の重量比が少なくとも50:50である溶液を調製する工程、(2) ある量の溶液を、水に不溶で、水に対して膨潤性の重合体を含んでなる複数の吸収性ゲル形成粒子上に塗布する工程、および(3) 塗布したこの吸収性ゲル形成粒子から有機溶剤および水の一部を除去する工程を含んでなる。

図面の簡単な説明

図1は、吸収性材料のゲルかさ密度(GBD)値を測定するための装置を示す。

図5は、吸収性材料のボール破裂強度（BBS）値を測定するための装式的に示す図である。

図6は、膨潤した吸収性材料の予め決められた層を調製するための装式的に示す図である。

図7は、吸収性材料の圧縮回復（CR）値を測定するための装置を図式示す図である。

図8は、CR試験における圧縮／回復荷重と圧縮深度の関係を示すグラフである。

図9は、CR試験における圧縮／回復荷重と圧縮深度の関係の一例を示すグラフである。

図10は、CR試験における圧縮／回復荷重と圧縮深度の関係の比較例グラフである。

発明の詳細な説明

A. 定義

ここで使用する用語「体液」は、尿、血液、月経および陰分泌液を含む

ここで使用する用語「吸収性コア」は、吸収性製品の、体液の獲得（吸収）、輸送、分配および貯蔵を含む、製品の液体処理特性を主として行なう構成意味する。吸収性コア自体は、一般的に吸収性製品のトップシートまたはシートを含まない。

ここで使用する用語「吸収性部材」は、一般的に吸収性コアの、1種以上を意味する。吸収性部材は吸収性コア全体または吸収性コアの一部を意味する。吸収性部材は1個以上の吸収性部材を含む。

本発明の吸収性材料は、大量の液体、例えば水、体液、工業的に生じるおよび家庭で生じる液体、を吸収することができ、その様な液体を穏やかに保持することができる。特に、本発明の吸収性部材に含まれる吸収性

一般的に等方的に膨潤し、液体を急速に吸収する。

簡潔に言うと、本発明の吸収性材料は、(1) 水に不溶で、水に対しての重合体を含んでなる複数の吸収性ゲル形成粒子、および(2) 尿の中にある少なくとも1種の成分と反応し得る、吸収性改良重合体の混合物を含ん、この混合物は、(i)有機溶剤、水および吸収性改良重合体を含み、有機溶剤と水の重量比が少なくとも50:50である溶液を複数の吸収性ゲル形成粒子に塗布し、(ii)塗布した吸収性ゲル形成粒子から有機溶剤および水の一部を除去することにより製造される。混合物の製造方法は、「吸収性材料の製造方法」で詳細に説明する。

この混合物中、吸収性改良重合体は、吸収性ゲル形成粒子の表面積の少くとも一部、好ましくは吸収性ゲル形成粒子の表面積の70%、最も好ましくは80%を超える部分に存在する。

好ましい実施態様では、吸収性改良重合体と吸収性ゲル形成粒子の間に結合が少ない。最も好ましい実施態様では、吸収性改良重合体と吸収性ゲル形成粒子の間には化学結合が無い。その様な実施態様では、吸収性改良重合体分が、静電氣的相互作用、水素結合的相互作用、およびファンデルワール作用の様な分子間相互作用により、吸収性ゲル形成粒子と会合しているに過ぎない。したがって、吸収性改良重合体が吸収性ゲル形成粒子上に存在することにより、吸収性ゲル形成粒子の膨潤は速く、膨潤率も高くなる。好ましい

ほとんど影響を及ぼさないのが好ましい。吸収性改良重合体と吸収性ゲル形

の会合によるゲル体積の減少は、好ましくは10%未満である。吸収性改良体のほとんどすべての官能基が、吸収性改良重合体を吸収性材料の吸収性に結合するのに使用されないのが好ましい。これらの使用されない官能基もしくは尿を加えた後の吸収性ゲル形成粒子間の結合に使用される。

したがって、吸収性ゲル形成粒子は、尿の塗布に応じて、吸収性改良重合体を通じて自然に結合される。したがって、吸収性材料をある区域に高濃度（例えば90%を超える）で使用した場合、吸収性材料は、尿の塗布後に、膨潤粒子を改質した孔質凝集物に形成される。

吸収性材料の吸収性改良重合体の未使用官能基は、ヒドロゲルを形成する性質の吸収性重合体中に含まれる抽出可能な成分とも反応し得ることに注意すべきであり、より詳しくは、吸収性改良重合体は、抽出された、体液の特性を変化させる成分を捕獲することができる。したがって、吸収性改良重合体の存り、吸収性材料の抽出可能な成分の水準を下げることもできる。

本発明の吸収性材料は、少なくとも一つの改良された吸収性特性を有する。吸収性特性は、吸収性材料の膨潤後に少なくとも一つの物理的特性を変えることにより改良することができる。ここで使用する「物理的特性」は、液体を吸収膨潤した後の、外部の方にさらされた時の、吸収性材料の（1）気孔率、液体透過性、（3）湿潤一体性、および（4）回復特性を意味する。

膨潤後の吸収性材料の気孔率は、ゲルかさ密度（GBD）試験を行なうことにより評価される。膨潤後の吸収性材料の液体透過性は、塩水流れ誘導性（LFL）試験を行なうことにより評価される。膨潤後の吸収性材料の湿潤一体性は、圧力浸透度（DIP）試験を行なうことにより評価される。膨潤後の吸

尿の吸収により膨潤し、予め決められた荷重の下で膨潤した吸収性材料のめられた層に形成された時に、膨潤した吸収性材料の層がゲルかさ密度（）試験で 0.95 g/cm^3 未満のGBD値を有する様な改良された吸収特性を有する。

GBDは本発明の吸収性材料の膨潤後の重要な物理特性である。これは、膨潤し、ヒドロゲル区域または層を形成する時のゲルかさ密度を示す。度は、ここでは吸収性材料のGBD値に換算して決定される。GBDは、に固有の空隙を含む、膨潤した吸収性材料から形成されたゲル層の単位体積の重量を測定する。つまり、GBDは、膨潤した吸収性材料の気孔率である。GBD値は、以下に説明するSFC値との相関性を有すると考えられ、本発明の吸収性材料のGBD値は、約 0.95 g/cm^3 未満、好ましくは約 0.9 g/cm^3 未満、最も好ましくは約 0.85 g/cm^3 未満である。一般的に、このGBD値は、約 $0.5 \sim 0.9 \text{ g/cm}^3$ 、より一般的には約 $0.7 \sim 0.9 \text{ g/cm}^3$ である。

本発明の別の特徴において、吸収性部材に使用する吸収性材料は、吸収が尿の吸収により膨潤し、膨潤した吸収性材料の予め決められた層に形成時に、膨潤した吸収性材料の層が塩水流れ誘導性（SFC）試験で少なくとも $0 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ sec/g}$ のSFC値を有する様な改良された吸収特性を有する。

SFCは本発明の吸収性材料の膨潤後のもう一つの重要な物理特性である。これは、体液で膨潤し、ヒドロゲル区域または層を形成する時の液体透過性流れ誘導性を示す。SFCは、膨潤した吸収性材料の、その中を通して塩を送る能力を測定する。つまり、膨潤した吸収性材料から形成されたゲル体輸送能力を示す。

本発明の吸収性材料の膨潤後のSFC値は、最小でも約 0.1×10^{-7}

吸収性材料が吸収性部材中に高濃度で存在し、次いで使用圧下で膨潤し、ロゲルを形成する場合、ヒドロゲルの境界が接触し、この高濃度区域に空間が一般的にヒドロゲルにより結合されると考えられる。これが起こると区域の気孔率および／または透過性または流れ誘導性が、一般的にヒドロゲルまたは膨潤した吸収性材料のみから形成された層の気孔率および／または透過性または流れ誘導性を反映すると考えられる。さらに、これらの膨潤した区域の気孔率および／または透過性が、木材パルプの綿毛の様な従来の獲配材料に近い、またはそれを超える水準に増加すると、吸収性部材およびコアに優れた液体処理特性を与え、特に液体の量が多い場合でも、漏れの少なくなる。(高い S F C 値は、形成されたヒドロゲルの、通常の使用条件で体液を獲得する能力も反映している)

本発明のさらに別の特徴において、吸収性材料は、その吸収性材料が尿して膨潤し、膨潤した吸収性材料の予め決められた層に形成された時、膨潤した吸収性材料の層がボール破裂強度 (B B S) 試験で少なくとも 3 0 9gf の B B S を有する様な優れた吸収性を有する。

B B S は、本発明の吸収性材料の、膨潤後のもう一つの重要な物理特性。これは、体液で膨潤し、ヒドロゲル区域または層を形成する時の破裂ビ荷を示す。B B S は、膨潤した吸収性材料から形成されたゲル層を破裂させるに必要な力 (またはピーク負荷) を測定する。

本発明の吸収性材料の膨潤後の B B S 値は、B B S 試験で少なくとも約 5 0 9gf、好ましくは少なくとも約 5 0 9gf、最も好ましくは少なくとも約 1 0 0 9gf。一般的に、これらの B B S 値は約 5 0 ~ 約 4 0 0 9gf、より一般的には約 5 0 ~ 約 4 0 0 9gf。

り、そのために、従来の吸収性重合体を使用することにより、「ゲル—オキシン」の問題が引き起こされる。本発明の吸収性材料は湿潤一体性が改良している、つまり吸収性材料の膨潤した吸収性粒子間の結合がより強く、個々のゲル粒子が移動しないので、吸収性製品からの膨潤した吸収性材料の防止される。

本発明のさらに別の特徴において、吸収性材料は、その吸収性材料が尿して膨潤し、膨潤した吸収性材料の予め決められた層に形成される時、そして吸収性材料の層が圧縮回復（CR）試験で少なくとも15%のCR値る様な優れた吸収性を有する。

CRは、本発明の吸収性材料の、膨潤後のもう一つの重要な物理特性でこれは、体液で膨潤し、ヒドロゲル区域または層を形成する時の圧縮回復。CRは、吸収性材料が濡れた状態で、外部の力が作用した時に、その本状／状態にどの程度復帰したかを測定する。

本発明の吸収性材料の膨潤後のCR値は、好ましくは少なくとも約20%も好ましくは少なくとも約30%である。一般的に、これらのCR値は約約80%、より一般的には約30~約70%である。

従来の吸収性重合体が吸収性部材中に高濃度で存在し、次いで膨潤してゲルを形成する場合、ヒドロゲルはゼリー状でどろどろした様に見え、その感触を有する。特に、使用者および／または消費者が外から吸収性製品に、その吸収性製品はその様な好ましくない感触を使用者および／または消与

える。本発明の吸収性材料はその様な改良されたCR値を有するので、使
とて／まは消費者に与える様な改良された／ない感触（すなわち、より一

材料を与えることができる。顕微鏡で観察することにより、多孔質吸収性に形成された壁は、例えばスポンジ状の外観および／または萎びた葉の様を呈する。吸収性材料の多孔質構造の好ましい実施例およびその製法は、参考として含める、審査中の米国特許出願第197,913号、「改良さ面積特性を有する吸収性材料およびその製造方法」、代理人言類番号JAU、1994年2月17日提出、に記載されている。

C. 吸収性材料に使用する組成物材料

1. 吸収性改良重合体

本発明で使用する吸収性改良重合体は、尿中に含まれる少なくとも1種と反応し得る。

ここで使用する用語「反応し得る」は、ある物質（すなわち化合物またン）が他の物質と相互作用して化学的および／または物理的特性の変化をこす能力を有すること、を意味する。したがって、本発明で使用する吸収重合体は、尿中に含まれる少なくとも1種の成分と相互作用する能力を有好ましい実施態様では、吸収性改良重合体は、静電氣的相互作用により尿酸塩イオンと相互作用する能力を有する。

吸収性改良重合体が尿中に含まれる少なくとも1種の成分と反応し得るかを決定するための実際的な方法は、吸収性改良重合体の水溶液を尿と混

ことである。得られた混合溶液が濁ったら、その吸収性改良重合体は、尿まれる少なくとも1種の成分と反応し得ると判定することができる。

ここで使用する用語「尿」は、一般的に理解すべきである。「正常な尿容物の代表例は、ここに参考として含める、Arthur C. Guyton著 "Textbk Medical Physiology" (1991年) W B Saunders Company (1991年) 304頁)

ここで使用する用語「結合性」は、複数の物質が互いに結合する能力をことを意味する。したがって、吸収性材料の吸収性ゲル形成粒子は、吸収に尿を加えた後は、互いに結合する能力を有する。

より好ましい実施態様では、吸収性改良重合体は、尿に含まれる少なくとも種の成分と反応し得る陽イオン系重合体である。好ましくは、陽イオン系は、吸収性重合体のカルボキシル基の様な酸性基と静電的に相互作用したがつて、さらに好ましい実施態様では、陽イオン系重合体は、尿に含陰イオンおよび吸収性重合体の両方と結合し得る。

好ましい陽イオン系重合体は、尿に含まれる少なくとも1種の成分と反るポリアミンまたはポリイミンを含むことができる。本発明で使用するポリ材料は、好ましくは(1)第1級アミン基を有する重合体(例えばポリアミン、ポリアリルアミン)、(2)第2級アミン基を有する重合体(例リエチレンイミン)、および(3)第3級アミン基を有する重合体(例N, N-ジメチルアルキルアミン)からなる群から選択される。

陽イオン系重合体の具体例は、例えばポリエチレンイミン、水に可溶な

エピハロヒドリンにより架橋された変性ポリエチレンイミン、ポリアミンレンイミンのグラフトにより変性されたポリアミドアミン、ポリエーテル、ポリビニルアミン、ポリアルキルアミン、ポリアミドポリアミン、およびアリルアミンである。

好ましい実施態様では、陽イオン系重合体の分子量は平均で少なくとも、より好ましくは5,000、最も好ましくは10,000以上である。で使用する、重量平均分子量が500以上の陽イオン系重合体は、ゲル透

2. 吸収性ゲル形成粒子

(1) 化学的組成

本発明で有用な、水に不溶で、水に対して膨潤性の吸収性重合体は、一「ヒドロゲル形成」、「ヒドロコロイド」、または「超吸収性」重合体と、カルボキシメチルデンプン、カルボキシメチルセルロース、およびヒドロビルセルロースの様な多糖類、ポリビニルアルコール、およびポリビニルピロリジンの様な非イオン系物質、ポリビニルピリジン、ポリビニルモルホリ、およびN, N-ジメチルアミノエチルまたはN, N-ジメチルアミノプロピレートおよびメタクリレートの様な陽イオン系物質、およびそれら級塩を含むことができる。一般的に、本発明で有用なヒドロゲルを形成する吸収性重合体は、スルホン酸の様な陰イオン系官能基、より一般的にはカルボキシル基を有する。ここで使用するのに適当な重合体の例としては、重合可能な

の酸含有モノマーから製造される重合体がある。例えば、その様なモノマー、少なくとも1個の炭素-炭素のオレフィン性二重結合を含むオレフィン酸および酸無水物がある。より具体的には、これらのモノマーは、オレフィン性不飽和カルボン酸および酸無水物、オレフィン性不飽和スルホン酸、これらの混合物から選択することができる。

ヒドロゲルを形成する吸収性重合体の製造には、通常少量の、ある種のモノマーも含むことができる。その様な非酸モノマーには、例えば酸含有その水溶性または水分散性エステル、ならびにカルボン酸基またはスルホン基まったく含まないモノマーがある。

本発明に用いられる非酸モノマーは、例えば下記の種類の官能基を有する

許第4, 062, 817号(Westerman)、1977年12月13日発行、
に記載されている。

オレフィン性不飽和カルボン酸およびカルボン酸無水物モノマーには、
ル酸自体により代表されるアクリル酸、メタクリル酸、エタクリル酸、
アクリル酸、 α -シアノアクリル酸、 α -メチルアクリル酸(クロトン酸)
エニルアクリル酸、 α -アクリルオキシプロピオン酸、ソルビン酸、 α -クロ
ビン酸、アンゲリカ酸、ケイ皮酸、 p -クロロケイ皮酸、 α -ステリルアク
、イタコン酸、シトラコン酸、メサコン酸、グルタコン酸、アコニット酸
イン酸、フマル酸、トリカルボキシエチレンおよび無水マレイン酸がある
オレフィン性不飽和スルホン酸モノマーには、ビニルスルホン酸、アリ

ホン酸、ビニルトルエンスルホン酸およびスチレンスルホン酸の様な脂肪
は芳香族ビニルスルホン酸、アクリル酸スルホエチル、メタクリル酸スル
ル、アクリル酸スルホプロピル、メタクリル酸スルホプロピル、2-ヒド
-3-メタクリルオキシプロピルスルホン酸および2-アクリルアミド
チルプロバンスルホン酸がある。

本発明で使用するのに好ましいヒドロゲルを形成する吸収性重合体はカ
シ基を含む。これらの重合体には、加水分解されたデンプン-アクリロニ
グラフト共重合体、部分的に中和された、加水分解されたデンプン-アク
トリルグラフト共重合体、デンプン-アクリル酸グラフト共重合体、部分
和されたデンプン-アクリル酸グラフト共重合体、けん化された酢酸ビニ
クリル酸エステル共重合体、加水分解されたアクリロニトリルまたはアク
ミド共重合体、上記共重合体の僅かに網目状に架橋した重合体、部分的に
けん化されたアクリル酸 および部分的に中和されたアクリル酸の混合物

定する。これらの重合体を網目状に架橋させる方法および代表的な網目状は米国特許第4, 076, 663号に詳細に記載されている。

表面から内側に向かう架橋の推移は深さおよびプロファイルの両方で変る。例えば、表面架橋の深さが浅く、より低い架橋程度に比較的鋭く移行することがある。あるいは、例えば表面架橋の深さがヒドロゲルを形成する重合体の寸法の重要な部分であり、広く移行している場合もある。

[illegible]

を形成する吸収性重合体の最終的な境界が実質的に確立した後に達成され
かし、表面架橋を最終的な境界の形成と同時に行なうことも可能である。
、表面架橋が導入された後でも、境界がさらに変化することもある。

表面架橋を導入するための多くの方法がこの分野で開示されている。こ

方法では、(i)ヒドロゲルを形成する吸収性重合体の中で既存の官能基と
得る二または多官能性試薬（例えば、グリセロール、1, 3-ジオキソラ
ーオン、多価金属イオン、ポリ第4級アミン）をヒドロゲルを形成する吸
合体の表面に塗布する、(ii)他の加えられた試薬および所望によりヒドロ
形成する吸収性重合体の中に存在する官能基と反応して表面における架橋
を増加し得る二または多官能性試薬を表面に塗布する（例えば、モノマー
剤と共に加え、第二の重合反応を開始する）、(iii)追加の多官能性試薬
ないが、主要重合工程の最中または後に、ヒドロゲルを形成する吸収性重
に存在する成分の中で追加反応を誘発させ、表面または表面の近くにおい
り高度の架橋を起こす（例えば加熱により無水物の形成および／または既
合体カルボン酸および／または水酸基の間のエステル架橋を誘発する、お
橋剤が表面の近くに本来高濃度で存在する懸濁液重合）、および(iv)他の
表面に加え、より高度の架橋を誘発するか、または得られるヒドロゲルの
形性を低下させる。これらの表面架橋工程を同時に、または順次組み合わ
ともできる。架橋剤に加えて、他の成分を表面に加え、架橋の分布を促進
することができる（例えば表面架橋剤の拡散および浸透）。

本発明のヒドロゲルを形成する吸収性重合体の表面架橋を行なうのに好
般的な方法は、すべてここに参考として含める米国特許第4, 541, 8
(Ohavashi) 1985年6月17日発行、公開されたDCT山崎IIIの00

号(Makita)、1986年5月6日発行、米国特許第4,734,478号

(Tsubakimoto)、1988年3月29日発行、米国特許第5,164,411号(Kimuraら)、1992年11月17日発行、公開独国特許出願第4,021,808(Dahmen)、1991年8月29日公開、公開ヨーロッパ特許出願第5,708(Gartner)、1992年10月21日公開、に記載されている。

ヒドロゲルを形成する吸収性重合体は1種類(すなわち均質)であるの
しいが、重合体の混合物も本発明で利用できる。例えば、デンブーン-アク
グラフト共重合体および部分的に中和されたポリアクリル酸の僅かに網目
橋した重合体の混合物を本発明で使用する事ができる。

(2) 物理的形態

本発明で使用する吸収性ゲル形成粒子の大きさ、形状および/または形
範囲に変えることができる。吸収性ゲル形成粒子は、最大寸法の最小寸法
の比が大きくなり(例えば顆粒、フレーク、粉末、粒子間凝集物、粒子間
集物、等)、繊維、発泡材、等の形態でよい。ヒドロゲルを形成する吸収
体は、少量の1種以上の添加剤、例えば粉末シリカ、界面活性剤、接着剤
剤、等、との混合物でもよい。この混合物における成分は、ヒドロゲルを
る吸収性重合体成分およびヒドロゲルを形成する吸収性重合体ではない添
物理的に容易に分離できない様に、一つの形態に物理的および/または化
会合していることができる。

ヒドロゲルを形成する吸収性重合体は、実質的に非多孔質であるか、ま
質的な内部多孔性を有することができる。

上記の粒子に関して、粒子径は、篩サイズ分析により決定される寸法と
異なる。篩サイズ分析は、米国標準試験法(例としてNo.

上に残る粒子は、500～710ミクロンの粒子径を有すると考えられ、ミクロン開口の篩を通過する粒子は500ミクロン未満のサイズを有する。ヒドロゲルを形成する吸収性重合体の特定試料の質量中央粒子径 (median particle size) は、試料を質量で半分に分割する粒子径として定義、すなわち重量で試料の半分が質量中央粒子径未満の粒子径を有し、その半分が質量中央粒子径より大きい粒子径を有する。一般的に標準粒子径法 (特定の篩サイズ開口上に残る、またはそれを通過する粒子試料の累積分率を篩サイズ開口に対して確率用紙上にプロットする) を使用し、50値が米国標準試験篩のサイズ開口に対応しない時の質量中央粒子径を決定。ヒドロゲルを形成する吸収性重合体粒子の粒子径を測定するためのこれらは、ここに参考として含める米国特許第5,061,259号 (Goldman 991年10月29日発行、に記載されている。

本発明で有用なヒドロゲルを形成する吸収性重合体の粒子に関して、粒一般的に約1～約2000ミクロン、より好ましくは約20～約1000ンである。質量中央粒子径は一般的に約20～約1500ミクロン、よりくは約50ミクロン～約1000ミクロン、さらに好ましくは約100～0ミクロンである。

これらのサイズ範囲で、より速い、またはより遅い吸収速度論の必要性で、より大きな、またはより小さな粒子を選択するのが好ましい。例えば孔質粒子では、粒子径の増加と共に膨潤速度は一般的に低下する。ゲル層を増加させる (すなわち塩水流れ誘導性 (SFC) を増加させる) には、全体からより大きな、またはより小さな粒子を、あるいはより大きな、まり小さな粒子のより狭い大きさ区分 (画分) を選択するのも好ましい。あヒドロゲルを形成する吸収性重合体の粒子に関して、上記のサイズ範囲を

D. 吸水性材料の製造方法

ここで使用する用語「上に適用する」は、吸収性改良重合体が吸収性ゲル粒子の表面積の少なくとも一部の上に存在していることを意味する。好ましく、吸収性改良重合体を吸収性ゲル形成粒子の表面全体の上に適用する。

好ましい実施態様では、尿中に含まれる少なくとも 1 種の成分と反応し、
 吸水性改良重合体（例えば陽イオン系重合体またはポリアミンまたはポリイ
 料）を溶剤に溶解させ、溶液を形成する。吸水性改良重合体は、この分野
 の、ある物質を溶剤に溶解させるのに使用される様々な技術および装置の

として使用する。好ましい有機溶剤の例としては、メタノール、エタノールはプロパノールの様な低分子量アルコール、アセトン、ジメチルホルムアミド (DMF)、ジメチルスルホキシド (DMSO)、ヘキシルメチルリン酸トリド (HMPT)、およびそれらの混合物があるが、これらに限定するものではない。別の好ましい実施態様では、ヘキサン、トルエン、キシレン、およびその様な非極性溶剤を有機溶剤の1種として使用することができる。

溶液を製造した後、その溶液を吸収性ゲル形成粒子の上に適用し、断続的な混合物を形成する。より詳しくは、ある量の溶液を吸収性ゲル形成粒子の上に適用する。液体混合物を吸収性ゲル形成粒子上に被覆する、あける、注ぐ、吹く、噴霧する、濃縮する、または浸漬するなどの、溶液を材料に適用する様々な技術および装置のいずれかにより溶液を適用することができる。断続的な混合物では、溶液は吸収性ゲル形成粒子の表面積の少なくとも一部適用される。溶液は吸収性ゲル形成粒子の表面積全体に塗布されるのが好ましい。

吸収性材料の物理特性を強化するのに十分な吸収性改良重合体の量は、重合体の化学的組成および吸収性ゲル形成粒子の物理的形態、例えば吸収の粒子径、および吸収性改良重合体の化学的組成および分子量、ならびに法、の様な多くのファクターにより異なる。

好ましい実施態様では、吸収性改良重合体の吸収性ゲル形成粒子に対する比は約0.05:100~約20:100、より好ましくは約0.5:1

約5:100である。

断続的な混合物の製造後、溶剤の少なくとも一部を断続的な混合物から

2 好ましいのは、溶剤の少なくとも一部を断続的な混合物から

性を改良する重合体を吸収性ゲル形成粒子上に塗布する。別の実施態様で吸収性ゲル形成粒子の表面架橋処理の前に、物理的特性を改良する重合体をゲル形成粒子上に塗布する。さらに他の実施態様では、物理的特性を改良重合体の塗布および架橋処理を同時に行なうことができる。幾つかの実施態様、物理的特性を改良する重合体を架橋剤として使用することもできる。

好ましい実施態様では、得られる吸収性材料が多くの形状および大きさをもつこともできる。例えば、吸収性材料は一般的に粒子、シート、フィルム、スポンジ、ブロック、繊維、フィラメント、または他の形状を有する素子の任意の組み合わせである。より好ましくは、吸収性材料は粒子である。

E. 吸収性材料を使用する吸収性製品

本発明の吸収性材料は、多くの使用分野で多くの目的に使用することができる。例えば吸収性材料は、包装容器、薬剤投与装置、傷洗浄装置、火傷治療用イオン交換カラム材料、建材、農業または園芸材料、例えば種子シートまたは育苗材料、および工業用途、例えばスラッジまたはオイルの脱水剤、結露防止剤、乾燥剤、および湿度調整材料に使用できる。

本発明の吸収性材料は、独特な吸収特性を有しているので、吸収性製品として使い捨て吸収性製品の吸収性コアとして使用するのに適している。ここで

用語「吸収性製品」は、体液を吸収し、収容する製品、より詳しくは着身体に対して、またはその近くに配置して身体から放出される様々な液体を吸収し、収容する。さらに「使い捨て」吸収性製品とは、1回の使用後に廃棄製品である（すなわち、本来の吸収性製品の全体を洗濯、保存または吸収として再使用することはないが、吸収性製品のある種の材料または全体を

用 意 信 用 公 司 製 造 有 限 公 司 代 理

は上記の吸収性部材の1種である。好ましくは、吸収性コアはさらに基材を含んでなり、その基材ウェブに吸収性材料が取り付けである。あるいは、吸収性コアはさらに吸収性材料を収容する袋状ウェブを含んでなる。さらに別態様では、吸収性コアはさらに2層の組織を含んでなり、それらの2層組に吸収性材料が配分されている。

より好ましい実施態様では、吸収性コア中の吸収性材料は坪量が約60～約1500g/m²、より好ましくは約100g/m²～約1000g/m²、最も好ましくは約150g/m²～約500g/m²である。

好ましい実施態様では、吸収性コアまたは吸収性部材がさらに繊維またはパルプ（繊維状または繊維材料）、より詳しくは非吸収性ゲル形成繊維をなることができる。その様な繊維材料は、吸収性コア中の補強部材として、コアの液体処理を改良すると共に、吸収性重合体と共に吸収性であることができる。好ましくは、吸収性コアまたは吸収性部材は、約40～約100重量%の吸収性材料、および約60～0重量%の、吸収性材料中に配分されたその吸収性ゲル形成繊維材料を含む。

好ましい実施態様では、吸収性材料は、コアまたは吸収性部材の少なくとも区域で、少なくとも40重量%、より好ましくは約60～100重量%の存在する。より好ましい実施態様では、吸収性部材は繊維状マトリックスでなり、その繊維状マトリックス中に吸収性材料が配分されている。従来性製品中で使用するのに適したすべての種類の繊維材料をこの吸収性コア吸収性部材に使用することができる。その様な繊維材料の具体例には、セス繊維、改良セルロース繊維、レーヨン、ポリプロピレン、およびポリエニフタレート (DACRON) の様なポリエニル繊維、およびポリエニル (HYDRIC

用できるだけの十分な吸収容量を有するウェブを与えない、親水性付与さ水性繊維は、浸出特性が良好であるために、吸収性コアに使用するのに適る。これは、本発明の吸収性コアでは、吸収性コアの液体取込み速度が高ルブロッキング性が無いために、繊維の浸出性が、繊維材料自体の吸収容量重要ではないにしても、それと同じ位重要であるためである。吸収性コア成分として使用するには、合成繊維が一般的に好ましい。最も好ましいのオレフィン繊維、特にポリエチレン繊維である。

ある種の吸収性コアまたは吸収性部材に有用な他のセルロース繊維材料学的に強化したセルロース繊維である。好ましい化学的に強化したセルロース繊維は、架橋剤でセルロース繊維を内部架橋させることにより製造できる、戻じった、カールさせたセルロース繊維である。ここで親水性繊維材

て有用な、適当な強化し、戻じり、カールさせたセルロース繊維は、すべて参考として含める米国特許第4, 888, 093号(Deanら)、1982年2月19日発行、米国特許第4, 889, 595号(Herronら)、1982年2月26日発行、米国特許第4, 889, 596号(Schoggenら)、1982年12月26日発行、米国特許第4, 889, 597号(Bourbonら)、1982年12月26日発行、米国特許第4, 898, 647号(Moorら)、1982年2月6日発行、に詳細に記載されている。

使い捨て吸収性製品の好ましい実施態様はおむつである。ここで使用する「おむつ」は、一般的に幼児および失禁症の人が下半身に着用する衣類を。吸収性コアを含んでなるおむつに好ましいおむつ構造は、ここに参考含める米国特許第3, 860, 003号(Buell)、1975年1月14日に公衆に開示されている。別の使い捨ておむつに好ましい構造は、

使い捨て吸収性製品のもう一つの好ましい実施態様は、月経用製品である。好ましい月経用製品は、すべてここに参考として含める米国特許第4,284,339号(McNair)、1981年8月25日発行、米国特許第4,608,781号(Mattingly)、1986年8月26日発行、および米国特許第4,687,781号(Van Tilburg)、1987年8月18日発行、に記載されている様形フィルム、孔の開いたトップシートを含んでなる。

好ましい月経用製品は、ここに参考として含める、審査中の、Yasuko M.に共に譲渡された、「弾性付与されたサイドフラップを有する吸収性製品」に関する米国特許出願第9,841,071号、代理人言類番号JA-09RM、1992年11月30日提出、に記載されている様にウイング、サイドフラップ及び他の構造および部品を含んでなる。

しかし無論、本発明は、他の名称で商業的に公知の他の製品、例えば失りーフ、成人用失禁製品、トレーニングパンツ、おむつ挿入物、化粧用ティッシュ、ペーパータオル、等にも応用できる。

F. 試験方法

合成尿

本発明の試験方法に使用される具体的な合成尿は、ここでは「合成尿」である。合成尿は一般的にJayco SynUrineまたはJayco Synthetic Urineと呼ばれ、Jayco Pharmaceuticals Company of Camp Hill, Pennsylvania、から市販される。Synthetic Urineの組成は、 $\text{KCl } 2.0 \text{ g/l}$ 、 $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O } 2.0 \text{ g/l}$ 、 $\text{H}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 0.85 \text{ g/l}$ 、 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4 \cdot 0.15 \text{ g/l}$ 、 $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O } 0.9 \text{ g/l}$ 、および $\text{MgCl}_2 \cdot 0.23 \text{ g/l}$ である。薬品はすべて試薬級である。

ある。ここでゲル気孔率は、膨潤した吸収性材料における空隙面分または全体の、ゲルにより占有されていない画分の容積を意味する。G B Dが低性材料は、濡れた状態で空隙が多い、つまり気孔率が高いと思われる。

(1) 装置

好適なG B D測定装置を図1に示す。この装置はシリンダー110、カ

ピストン140、ピストン140の内側に適合する重り130、およびTEFLONトレー120を含んでなる。シリンダー110は透明なLEXANの棒（類似の、例えばアクリル樹脂の棒）をくり抜いて加工し、内径が6.00 cm、面積 $=28.27\text{ cm}^2$ 、壁厚が約0.5 cm、高さが約5.0 cmである。シリンダーの底は、取り付ける前に二軸方向に引っ張って張り詰めた400メッシュステンレス鋼スクリーン150に面している。ピストン140はTEFLONカッパ状であり、シリンダー110の中に密な公差で適合する様に機械加工される。ステンレスの重り130はピストン140中に入る様に機械加工されてピストン140と重り130の合計重量は199 gであり、これは 28.27 cm^2 の面積に対して0.1 psiの圧力に相当する。

シリンダー110の中のゲル層160の厚さは約0.05 mmの精度に測定される。厚さ測定の際に重りを除去せず、ゲル層をさらに乱さない限り、必要な有するどの様な方法でも使用することができる。カリバーゲージ（例えばMetric Caliper, Mitsutoya Corp., Kyoto、または同等品）を使用し、TEFLONピストン140の上部とシリンダー110の上部の間の、シリンダー内の吸収を含まない隙間を測定することもできる。

G B D測定は室温で行なう。この試験にはJayco合成尿を使用する。

(つ) 手順

燥重量で0.9 gにすべきである)。吸収性材料がシリンダー壁に付着しに注意する。ピストン140をシリンダー110の中に挿入し、吸収性材

160の上に載せる。次いで重り140をピストン140中に置く。

次いで、吸収性材料を含むピストン/シリンダー装置を平底のTEFLONト20に移す。18ミリリットルのJayco合成尿をトレ-120に加える。Jをトレ-120に注いだ後、直ちに時間を記録する。Jayco合成尿はトレスステンレススクリーン150を通り、吸収性材料160に吸収される。吸収料が液体を吸収すると、シリンダー110中にゲル層が形成される。30ゲル層の厚さを測定する。これによって、GBD測定用の膨潤した吸収性予め決められた層が調製された。TEFLONピストン140の上部とシリンダー0の上部の間の隙間を測定する(Ls)。シリンダー中の吸収性材料を含む部分(Lc)も測定する。LcとLsの差が吸収性材料のゲル層の厚さ(である。膨潤したゲルを含むピストン/シリンダーを計量する(Ws)。

GBDは式

$$GBD = (W_a - W_c) / (28.27 \times L_g)$$

により計算されるが、ここでGBDはゲルかさ密度(g/cm³)であり、W: 吸収性材料を含まないピストン/シリンダーの重量(g)であり、Lgは膨ゲル層の厚さ(cm)である。

2. 塩水流れ誘導性(SFC)試験

この試験は、閉込め圧下でJayco合成尿中で膨潤した、ヒドロゲルを形成吸収性重合体から形成されたゲル層の塩水流れ誘導性(SFC)を測定すの試験の目的は、重合体が吸収性部材中に高濃度で存在し、使用の機械的またそれ以外、ヒドロゲルを形成する吸収性重合体から形成され、ヒド

978, 125-127頁参照)

SFC測定に使用する膨潤した吸収性材料の予め決められた層は、吸収をJayco合成尿中で60分間膨潤させることにより形成される。ヒドロゲル形成され、その流れ誘導性を機械的閉込め圧0.3 psi (約2 kPa) で測定。流れ誘導性は0.118 MのNaCl溶液を使用して測定する。時間に対してJayco合成尿の取込みが本質的に安定している、ヒドロゲルを形成する吸収性体に対して、このNaCl濃度は、測定中、ヒドロゲル層の厚さを本質的に維持することが分かった。ある種のヒドロゲルを形成する吸収性重合体では、重合体の膨潤、重合体の脱膨潤、および/またはヒドロゲル層気孔化の結果、ヒドロゲル層の厚さの小さな変化が起こり得る。この測定には静水圧4920ダイン/cm² (5 cmの0.118 M NaCl) を使用する。

流量は、ヒドロゲル層を通して流れる溶液の量と時間の関係を測定するより決定される。流量は測定時間全体で変化し得る。流量が変化する理由は、ヒドロゲル層の厚さが変化する、および最初に隙間の中にあった例えば、溶解した抽出可能な重合体を含むことがある) がNaCl溶液でえられるので、隙間の液体の粘度が変化することがある。流量が時間に依る場合、測定された流量をゼロ時間に外挿することにより一般的に得られる量を使用して流れ誘導性を計算する。塩水流れ誘導性は、初期流量、ヒドロゲル層の寸法、および静水圧から計算する。

この試験に好適な装置610を図2に示す。この装置は、一般的に611で示すラボジャッキの上に置いた、一般的に612で示す一定静水頭貯蔵部。貯蔵部612は、618で示す栓付きの通気孔を有する蓋616を有し、貯蔵部612に液体を追加することができる。末端が開いたチューブが蓋616を通過して提供されており、一定静水圧で液体を配管する。図2は、図1の装置の別の視点を示す。

全体的にし字形の配送チューブ622を備えている。チューブ622による配送はストップコック626により制御される。チューブ622は液体部612から、全体的に628で示すピストン／シリンダー機構に配送す構628の下には、支持スクリーン（図には示していない）および実験室632の上に配置された収集貯蔵部630がある。

図2に関して、機構628は基本的にシリンダー634、全体的に63すピストン、およびピストン636および配送チューブ622のための穴るカバー637からなる。図7に示す様に、チューブ622の出口622ューブ620の下端より下に位置しているので、シリンダー634中の液には示していない）の表面よりやはり下になる。図3に示す様に、ピスト6は、一般的に円筒形のLEXAN®シャフト638からなり、シャフトの縦軸にくり抜いた同心円状の円筒形の穴640を有する。シャフト638の両械加工により末端642および646を形成している。648で示す重り642の上にあり、その中心をくり抜いた円筒形の穴648aを有する。

他端646には、全体的に円形の、底部に輪状の窪み652を有するテピストンヘッド650が挿入されている。ピストンヘッド650は、シリ634の内側を滑り移動できる様な大きさを有する。図4に示す様に、ピヘッド650は、それぞれ全体的に654、656、658、および66す24個の円筒形の穴からなる4つの同心円状のリングを有する。図4に、同心円状リング654～660は、窪み652により限定される面積まっている。これらの同心円状リングのそれぞれにある穴はピストンヘッ

650の上から下に向かってくり抜いてある。各リング中の穴は、隣接す
 穴の中心から約1.5度の間隔を置き、約75度隔で、各リングの穴

中にはまっている。シリンダー634の下端には、取り付ける前に二軸方向張って張り詰めたNo. 400メッシュのステンレス鋼製のスクリーン6を取り付けてある。668で示すヒドロゲルを形成する吸水性重合体の試料リーン666の上に支持されている。

シリンダー634は、透明なLEXAN[®]の棒または同等品からくり抜いて直径6.00cm(=面積28.27cm²)、壁厚約0.5cm、および高さ約1mを有する。ピストンヘッド650はむくのテフロン棒から機械加工して、ピストンヘッドは、高さ0.625インチおよびシリンダー634の内径に小さい直径を有するので、シリンダー内に最小の隙間で適合するが、も自由に滑り移動できる。窪み652は直径が約56mmで、深さが4mmでピストンヘッド650の中央にある穴662は、シャフト638の末端6を受け入れるための、ねじ山の付いた0.625インチ開口部(18ねじ山チ)を有する。フリット加工したディスク664は、高い透過性を得るため(例えばChemglass Cat No. CG-201-40直径60mm、X-Coarse Porosi)ピストンヘッド650の窪み652内にちょうど収まり、ディスクの底部ピストンヘッドの底部と同一平面になる様に研磨する。シャフト638は、LE棒から機械加工し、外径0.875インチ、内径0.250インチを有する。末端646は長さが約0.5インチで、ピストンヘッド650の穴662と

する様にねじ山が切ってある。末端642は、長さが約1インチであり、0.623インチであり、ステンレス鋼製の重り648を支持するための部を形成する。シャフト638中の穴640を通る液体は、フリット加工ディスク664に直接到達できる。輪状のステンレス鋼重り648は、内径0.625インチであり、シャフト638の末端642の穴640の上部に通過する。

の縁部近くに配送チューブ622のための第二の開口部を有する。

シリンダー634は16メッシュの堅いステンレス鋼支持スクリーン（示していない）または同等品の上に載る。この支持スクリーンは、収集貯30の中に流れる液体を妨げない様に十分な透過性を有する。支持スクリーン一般的に、機構628を通る塩水の流量が約0.02 g/secを超える場合、シリンダー634を支持するために使用する。約0.02 g/sec未満の流量には、シリンダー634と収集貯蔵部の間に連続的な液体通路があるのが好

0.118M NaCl溶液は、NaCl (Baker Analyzed Reagentまたは等品) 6.896 gを蒸留水1.0リットルに溶解させて製造する。

流量が約0.02 g/sec以上である場合、一般的に精度0.01 gの分析秤（例えばMettler PM4000または同等品）を使用し、ヒドロゲル層668で流れる液体の量を測定する。この天秤はコンピュータに接続し、液体量の関係を監視する。

シリンダー634中のヒドロゲル層668の厚さは、約0.1 mmの精度

定する。測定の際に重りを除去せず、ヒドロゲル層をさらに圧迫したり、することが無い限り、必要な精度を有するどのような方法でも使用できる。カゲージ（例えばManostat 15-100-500または同等品）を使用し、ステンレス648の底部とカバー637の上部の間の垂直距離を測定してもよい。

SFC測定は室温（すなわち20～25℃）で、下記の様に行なう。

ヒドロゲルを形成する吸収性重合体の0.9 gアリコート（坪量0.0 cm²に相当）をシリンダー634に加え、スクリーン666上に一様に配

はし、ヒドロゲルを形成する吸収性重合体（アリコート）を、スクリーン上に一

ストン636（重量648を取る）を、ピストンヘッド650の窪み65に配置したディスク664と共にシリンダー634の中に挿入し、乾燥しロゲルを形成する吸収性重合体668の上に置く。必要であれば、ピストン6をゆるやかに回転させ、ヒドロゲルを形成する吸収性重合体をスクリーン6の上により一様に配分する。シリンダー634をカバー637で覆い、重り648をシャフト638の末端642の上に置く。

シリンダー634の直径よりも大きい直径を有するフリット加工したディスク（粗いまたは特に粗い）を、フリット加工したディスクの上部までJaycoで満たした広く／浅い平底容器の中に置く。次いで、ピストン／シリンダー628をこのフリット加工したディスクの上に置く。液体が容器からフリット加工したディスクを通り、ヒドロゲルを形成する吸収性重合体668によりれる。重合体が液体を吸収すると、シリンダー634中にヒドロゲル層が

れる。60分後、ヒドロゲル層の厚さを測定する。この手順の際に、ヒドロゲル層が液体を失う、または空気を取り込むことが無い様に注意する。

次いで、ピストン／シリンダー機構628を装置610に移す。支持スピン（図には示していない）および支持スクリーンとピストン／シリンダー28の間の隙間をすべて塩水で予め飽和させる。PUP装置710のフリットした漏斗718を使用してシリンダー634を支持する場合、フリットした漏斗の表面は、収集貯蔵部中の液体の高さより僅かに高くし、フリットした漏斗と収集貯蔵部の間のバルブを開放位置にする。（フリット加工した、ヒドロゲル層を通過する液体が漏斗中に蓄積しない様に十分に高くする）C測定には、まずシャフト638中の穴640を通してNaCl溶液を加

量分析的に10分間測定する。この時間が経過した後、ピストン／シリン
構628を取り外し、ヒドロゲル層668の厚さを測定する。一般的に、
ゲル層の厚さの変化は約10%未満である。

一般的に、流量が一定である必要は無い。この系を通過する増加重量（
）を増加時間（秒）で割ることにより、この系を通る、時間に依存する流
（ t ）をg/secの単位で決定する。 t_s と10分間の間の時間で得たデータ
流量計算に使用する。 t_s と10分間の間に得た流量を使用して F_s （ $t =$
値、つまりヒドロゲル層を通る最初の流量を計算する。 F_s （ $t = 0$ ）は、
 t 対時間の最小2乗法の結果を $t = 0$ に外挿することにより計算される

非常に高い透過性（例えば ~ 2 g/secを超える流量）を有する層には、
間完全に液体を集めるのは実際的ではないことがある。 ~ 2 g/secを超え
には、収集時間は流量に応じて短縮することができる。

透過性が極めて低いヒドロゲルを形成する吸収性重合体では、ヒドロゲ
る液体の吸収がヒドロゲル層を通る液体の輸送と競合し、ヒドロゲル層を
貯蔵部に液体が流れないか、または、恐らく、PUP貯蔵部からの液体の
吸収がある。これらの透過性が極めて低いヒドロゲル層では、Jayco Synl
吸収時間を所望により延長する（例えば16時間）。

別の測定で、装置610およびピストン／シリンダー機構628（ F_s ）
る流量を、ヒドロゲル層が存在しない以外は、上記と同様に測定する。 F
ヒドロゲル層が存在する時の系を通る流量 F_s よりもはるかに大きい場合、
C装置およびピストン／シリンダー機構の抵抗の補正は必要ない。この限
、 $F_s = F$ であり、 F_s はヒドロゲル層の、系の流量に対する貢献である。

1. この装置が組み立てられる場合、CおよびDの値はCの値より

置の流動抵抗による補正から決定される、 g/sec で表す流量であり、 L_0 はゲル層の cm で表した初期厚さであり、 g/cm^3 で表した NaCl 溶液の密度。Aは cm^2 で表したヒドロゲル層の面積であり、Pはダイン/ cm^2 で表した力であり、塩水流れ誘導性Kは $\text{cm}^3 \text{ sec/g}$ の単位で表す。

3回の測定の平均を報告する。

3. ボール破裂強度 (BBS) 試験

この試験は、濡れた状態における吸収性材料のボール破裂強度 (BBS) を決定する。吸収性材料のBBSは、この試験方法に規定する手順でJayco合成尿中で膨潤させた吸収性材料ゲル層を破裂させるのに必要な力 (ピーク負荷、で表示) である。吸収性材料のBBSは、Jayco合成尿中で膨潤させた吸収性材料の湿潤一体性の評価に使用される。

(1) 試料調製装置

BBS測定に好適な試料調製装置を図5に示す。この装置は、吸収性材料60を収容するのに使用される内側シリンダー270、テフロン製平底ト40、内側シリンダーカバープレート220、およびステンレスの重り2を含んでなる。内側シリンダー270は透明なLEXANの棒 (または同等品、例えばアクリル樹脂棒) からくり抜いたもので、内径6.00 cm (= 28.27、壁厚約0.5 cm、および高さ約1.50 cm) を有する。外側シリンダー2は透明なLEXANの棒 (または同等品、例えばアクリル樹脂棒) からくり抜いて、内側シリンダーの外径より僅かに大きい内径を有するので、内側シリンダー270は外側シリンダー230の中にちょうど入り、自由にスライドできる。外側シリンダー230の壁厚は約0.5 cm、高さは約1.00 cmである。外側シリンダー230の底部は、取り付けた重り2を下方に押し込む。No. 4の

ile Tester、Thwing-Albert Instrument Co., Pennsylvania製) を使用す
5 に関して、この装置は、二重ねじ計器の上部に備えた固定クロスヘッド

の上に取り付けた円形の下側試料クランプブラテン 280、研磨したステ
鋼製のボール形状プローブ 290 を備えた力感知荷重セル 330、可動ク
ッド 320、および試料 260 を空気圧により固定する上側クランプブラ
00 を含んでなる。下側クランプブラテン 280 は固定クロスヘッド 31
に取り付けてある。力感知荷重セル 330 はプローブ 290 を備えている
クランプブラテン 280 および上側クランプブラテン 300 の両方共、直
5 mm、厚さ 2.9 mm、および直径 18.65 mm の円形開口部を有する。研
ステンレス鋼製のボール形状プローブ 290 は直径が 15.84 mm である
クロスヘッド 320 は上昇してプローブ 290 を試料に接触させ、貫通さ
プローブ 290 が試料 260 を貫通した時、試験は完了したと考えられ、
ークが表示され、記録される。

(3) 手順

図 5 に関して、内側シリンダー 270 を外側シリンダー 230 の中に挿
。吸収性材料の 1.4 g アリコートを入内側シリンダー 270 に加え、組み
シリンダーを穏やかに振る、および/または軽く叩くことにより、底部の
メッシュステンレススクリーン 250 の上に一様に分散させる。組み立て
収性材料を含むシリンダーをテフロン製平底トレイ 240 に移し、内側シ
ーカバープレート 220 を内側シリンダー 270 の上に置く。Jayco 合成尿
2.0 ミリリットルをテフロン製平底トレイ 240 に加える。Jayco 合成尿
底トレイ 240 からステンレススクリーン 250 を通過する。加えた尿は
吸収性材料の 1.4 g アリコートを入内側シリンダー 270 に加え、組み
シリンダーを穏やかに振る、および/または軽く叩くことにより、底部の
メッシュステンレススクリーン 250 の上に一様に分散させる。組み立て
収性材料を含むシリンダーをテフロン製平底トレイ 240 に移し、内側シ
ーカバープレート 220 を内側シリンダー 270 の上に置く。Jayco 合成尿
2.0 ミリリットルをテフロン製平底トレイ 240 に加える。Jayco 合成尿
底トレイ 240 からステンレススクリーン 250 を通過する。加えた尿は

試験装置に移す。

図6に関して、吸収性材料ゲル層260を含む内側シリンダー270をランプブラテン280の上に置き、空気圧により上側クランプブラテン3固定する。破壊感度10.00gおよび試験速度5.00インチ/分で、イッチを押して試験を開始する。可動クロスヘッド320が上昇し、研磨ステンレス鋼製のボール形状ブロープ290が吸収性材料ゲル層260を破る。試料の破裂が記録された後、可動クロスヘッド320は出発位置に戻り、B.S.はピーク負荷グラムとして表示する。3回の測定を報告する。

4. 圧縮回復 (C.R.) 試験

この試験は、Jayco合成尿中で膨潤した吸収性材料の、圧縮からの回復を測定する。圧縮の回復 (R.C.) は、濡れた状態の吸収性材料が、この試験方法で圧縮された時に、その本来の形状に戻る程度である。吸収性材料の回復 (R.C.) は、Jayco合成尿中で膨潤した吸収性材料の湿潤一体性を評価するのに用いられ、濡れた状態にある吸収性材料の、通常の使用中に様々な強度および方張および握り力にさらされた後の、その本来の形状を回復する能力に関連する。R.C.は濡れた状態にある吸収性材料の緊密性および快適性にも関連する。

(1) 試料調製装置

R.C.測定に好適な試料調製装置は、B.B.S.試験に使用する装置 (図5に示す) と類似しているが、後者よりも高さがより高い。R.C.測定用の装置は吸収性材料層260を収容するのに使用される内側シリンダー270、テフロンドーム240、内側シリンダーカバープレート220、およびステンレス鋼リブ210を含んでなる。内側シリンダー270は透明なLEXANの棒 (または他の材料、例えばアクリル樹脂棒) からくり抜いたもので、内径6.00cm (= 2.36インチ) の開口部を有する。内径6.00cmの開口部を有する外側シリン

cmである。外側シリンダー230の底部は、取り付ける前に二軸方向に張た、No. 400メッシュのステンレス鋼スクリーン250に面している。シリンダーのカバープレート220は、厚さ8.00cm、重量530gを有ラス板からなる。ステンレスの重り210は重量が1672gである。

(2) 圧縮試験機

この試験には、小型の圧縮試験機 (KES-G5, Kato Tech Co., Ltd., Kyoto) 使用する。図7に関して、この装置の機械的部分は、圧縮板310、圧縮された荷重指示装置350、駆動機構360、および試料台320を含む。荷重指示装置350は、試料が支える総荷重(gf/cm^2)を示すことができる。圧縮板310は、面積2.00 cm^2 、厚さ0.40cmの円板である。駆動機構360は、圧縮板310に一樣で一定に制御された圧縮/回復速度(cm/sec)をすることができる。

(3) 手順

内側シリンダー270を外側シリンダー230の中に挿入する。吸収性2.8gアリコートを入側シリンダー270に加え、組み立てたシリンダーやかに振る、および/または軽く叩くことにより、底部の400メッシュステンレススクリーン250の上に一樣に分散させる。組み立てた、吸収性材料シリンダーをテフロン製平底トレイ240に移し、内側シリンダーカバー220を内側シリンダー270の上に置く。Jayco合成尿を56ミリリットルをテフロン製平底トレイ240に加える。Jayco合成尿は平底トレイ240からステンレススクリーン250を通過する。加えた尿はすべて吸収性材料25分間で吸収される。次いで、ステンレスの重り210を入側シリンダー

プレート1000の上部に置く。次に、図5に示すように、フロン製平底トレイ240の

(0 cm圧縮深度で0 gf/cm²)、吸収性材料ゲル層330の表面上に置く。度は0~1.00 cmの範囲内で選択し、圧縮/回復速度は0.01 cm/secし、荷重感度は10 gfに選択する。試験機の開始スイッチを押して試験をる。駆動機構360が圧縮板310を駆動し、圧縮深度が1.00 cmに達で、吸収性材料ゲル層330を速度0.01 cm/secで圧縮し、次いで、圧10は圧縮と同じ速度で本来の位置に戻る。荷重(gf/cm²)および深度(cm)記録計を使用して記録する。圧縮回復(CR)は、回復仕事(gfcm/cm²)の仕事(gfcm/cm²)に対する百分率として表示する。図8に示す様に、回復仕事復曲線、A-B線および水平軸により取り囲まれた面積(S_r)に相当する仕事は、圧縮曲線、A-B線および水平軸により取り囲まれた面積に相当し+S_rの合計面積に等しく、S_cは圧縮曲線および回復曲線により取り囲面積に相当する。したがって、RCは下記の等式から計算される。

$$RC\% = S_r / (S_c + S_r) \times 100$$

3回の測定の平均値を報告する。

5. ゲル容積

ヒドロゲルを形成する吸収性重合体のゲル容積は、過剰のJayco合成尿に潤させる時の、自由膨潤吸収容量として定義される。これは、重合体に対して比較的低い使用条件下における、重合体の最大吸収容量の尺度を与えとんどのヒドロゲルを形成する吸収性重合体に関して、ゲル容積は、(こ

考として含める) 米国再発行特許第32,649号(Brandtら)、198月19日再発行、に記載されている方法で、ただし上記のJayco合成尿を用いて測定される。薬品はすべて試薬級である。合成尿のpHは6.0~6.4

ゲル容積は試薬級合成尿を用いて測定される。ゲル容積の計算は、試薬級合成尿を用いて測定される。

4月19日再発行、に記載されている方法で、ただし0.9%食塩水を上澄み液をWhatman0.7ミクロンGF/Fガラスマイクロファイバー（例えばカクログ#1825-125）または同等品を通して濾過し、能な重合体を乾燥重量に基づいて計算する。米国再発行特許第32,64は、 V_a は塩基の体積を、 V_o は酸の体積を示すことに注意する。

G. 吸収性材料の実施例

前駆物質粒子の実施例

75モル%を苛性ソーダで中和した、部分的に中和したアクリル酸40、 N, N' -メチレン-ビス-アクリルアミド3.7gおよび水6000なるモノマー水溶液を製造する。このモノマー水溶液を反応容器に入れ、窒素ガスで掃気し、残留する空気を反応系から除去する。次いで、混合物し、約45℃に加熱し、そこに、2, 2'-アゾビス-(2-アミジノン)-ジヒドロクロリド20gを水100gに入れた溶液を重合開始剤とえる。重合は、重合開始剤を加えてから約15分後に開始する。重合の進に、モノマー水溶液は軟らかい含水ゲルを生じる。この反応系の内部温度~90℃に数時間維持し、重合を完了させる。膨潤した吸収性ゲル形成重形成さ

れる。高して得られた、膨潤した吸収性ゲル形成重合体を標準#50サイルゲージ上に広げ、150℃の高温空気で乾燥させる。乾燥した粒子をハ型粉碎機で粉末化し、標準#20篩（850ミクロン）にかけ、標準#2通過する粒子を得る。この結果、乾燥した白色の前駆物質吸収性ゲル形成得られる。

物質粒子が上記の溶液で濡れるまで、混合物をへらで十分に混合する。得混合物中に含まれる溶剤を、回転蒸発装置(EYELA N-11型、TOKYO RIKAKIKAI, LTD. 東京から市販)を使用し、60℃で蒸発させる。得られた物質を1で3時間真空乾燥させる。乾燥した吸収性材料をハンマー型粉碎機で粉末標準#20篩(850ミクロン)にかけ、標準#20篩を通過する粒子をこの結果、得られた吸収性材料の乾燥した白色粒子(Ex.#1)が得られる。物質粒子と吸収性材料(Ex.#1)の特性の比較で、前駆物質粒子のゲル容積、1値およびRC値はそれぞれ40.09g/g、1.79gfおよび9%であるのに対し、吸収性材料(Ex.#1)のゲル容積、BBS値およびRC値はそれぞれ39.2960gfおよび62%である。

実施例2

この実施例では、市販の吸収性ゲル形成粒子を使用する。Nippon Shokun, Ltd.、大阪、日本国、から供給されたAqualic CA L76LF (ロット#41-029) 2500グラムを20リットルの回転蒸発装置フラスコに入れ

L76LFは表面架橋した吸収性ゲル形成粒子である。濃度10重量%のポリアミン(PAA-C、Nitto Boseki Co. Ltd. 東京から供給)250g、エタノール600gからなる溶液をフラスコに加える。すべての前駆物質粒子が上記で濡れるまで、混合物をへらで十分に混合する。得られた混合物中に含まれる溶剤を、回転蒸発装置(EYELAN-11型、TOKYO RIKAKIKAI CO., LTD. 東京から)を使用し、60℃で蒸発させる。得られた物質を100℃で3時間真空乾燥する。乾燥した吸収性材料をハンマー型粉碎機で粉末化し、標準#20篩(ミクロン)にかけ、標準#20篩を通過する粒子を得る。この結果、得られた吸収性材料の乾燥した白色粒子(Ex.#2)が得られる。吸収性材料(Ex.#2)の

表1

試料	ゲル容積 (g/g)	GBD (g/cm ³)	SFC (10 ⁻⁷ cm ³ sec/g)	BBS (gf)	CR (%)	抽出可能 成分 (%)
L761f	37.5	1.09	4	17	7	12.3
Ex. #2	36.2	0.75	29.8	138	51	8.9

実施例3

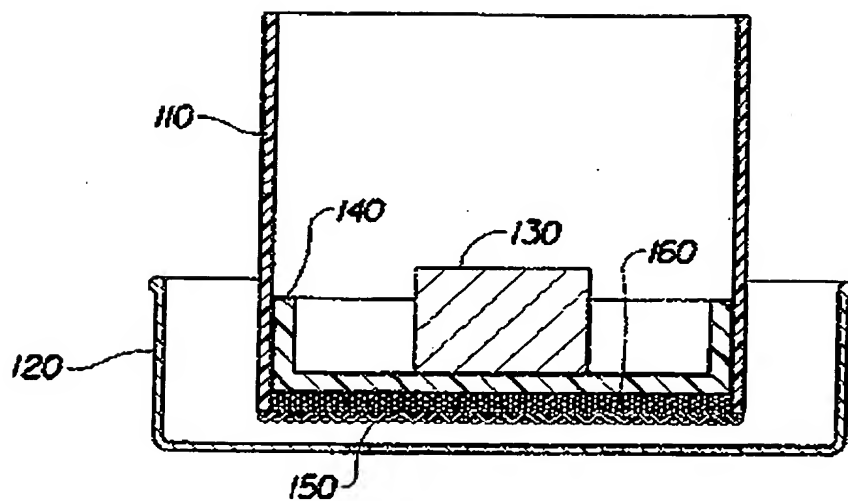
この実施例では、市販の吸収性ゲル形成粒子を使用する。Nippon Shokubai Co., Ltd.、大阪、日本国、から供給されたAqualic CA L76LF (ロット# 41-012) 100グラムをKitchen型ミキサーに入れる。濃度10重量%のアリルアミン(PAA-C、Nitto Boseki Co., Ltd. 東京から供給)10g、お、タノール20gからなる溶液を調製する。溶液の一部を、噴霧装置(タイ-182-04、Tuchi Seieido Co., Ltd. 大阪から市販)で吸収性ゲル

子の上に噴霧した後、ミキサーを約4分間運転する。次いで、より多くの溶液を噴霧し、ミキサーをさらに4分間運転する。溶液全部が吸収性ゲル形成粒子に噴霧されるまで、噴霧/混合工程を繰り返す。得られた混合物中を1003時間真空乾燥させる。乾燥した吸収性材料をハンマー型粉碎機で粉末化し、標準#20篩(850ミクロン)にかけ、標準#20篩を通過する粒子を得る。結果、得られた吸収性材料の乾燥した白色粒子が得られる。得られた吸料(Ex.#3)の特性を表2に示す。

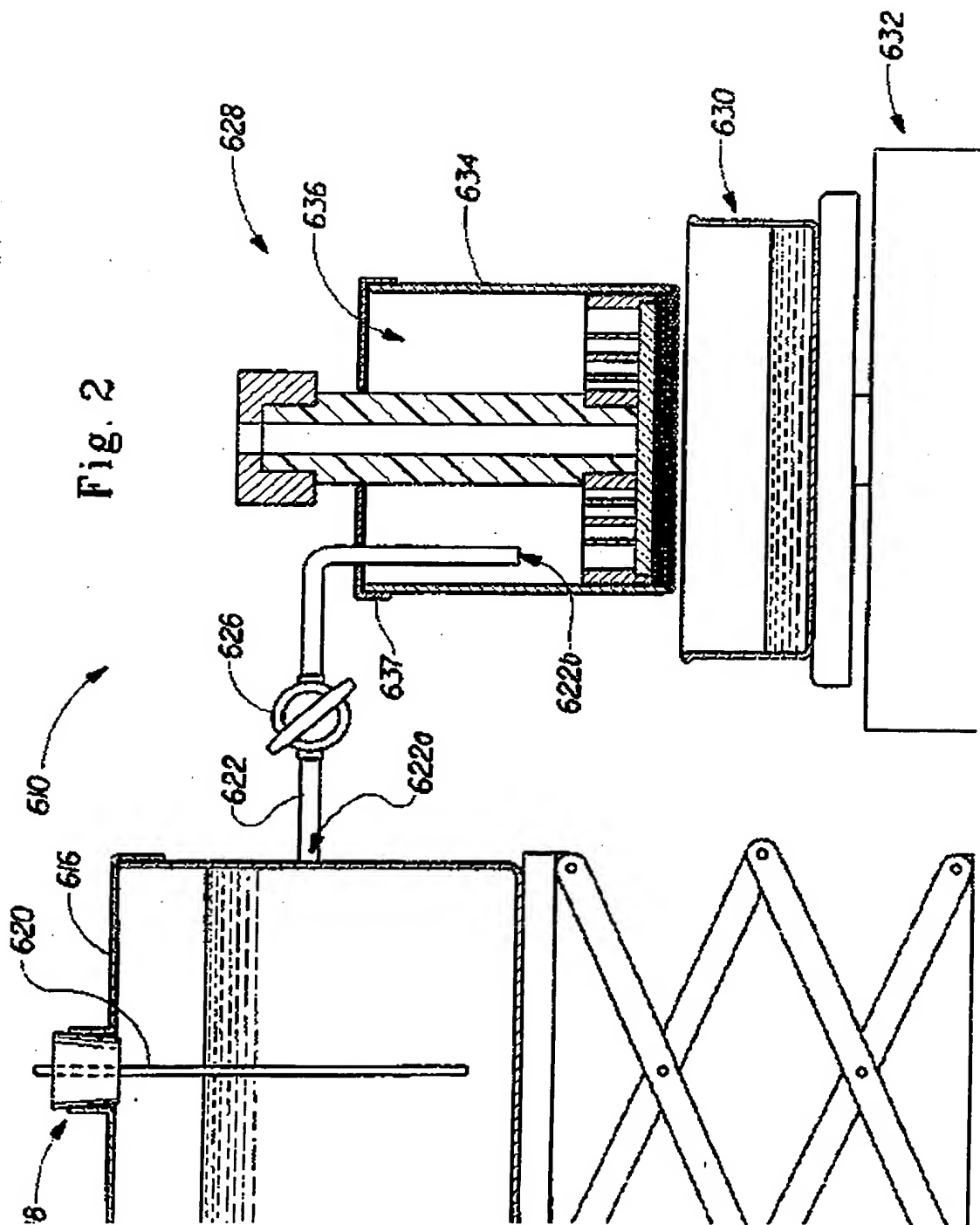
表 2

試料	ゲル容積 (g/g)	GBD (g/cm ³)	SFC (10 ⁻⁷ cm ³ sec/g)	BBS (gf)	CR (%)	抽出可能 成分 (%)
L761f	36.4	1.07	9	21	8	11.1
Ex. #2	35.0	0.78	45	124	55	9.0

【図 1】



【图 2】



【図 3】

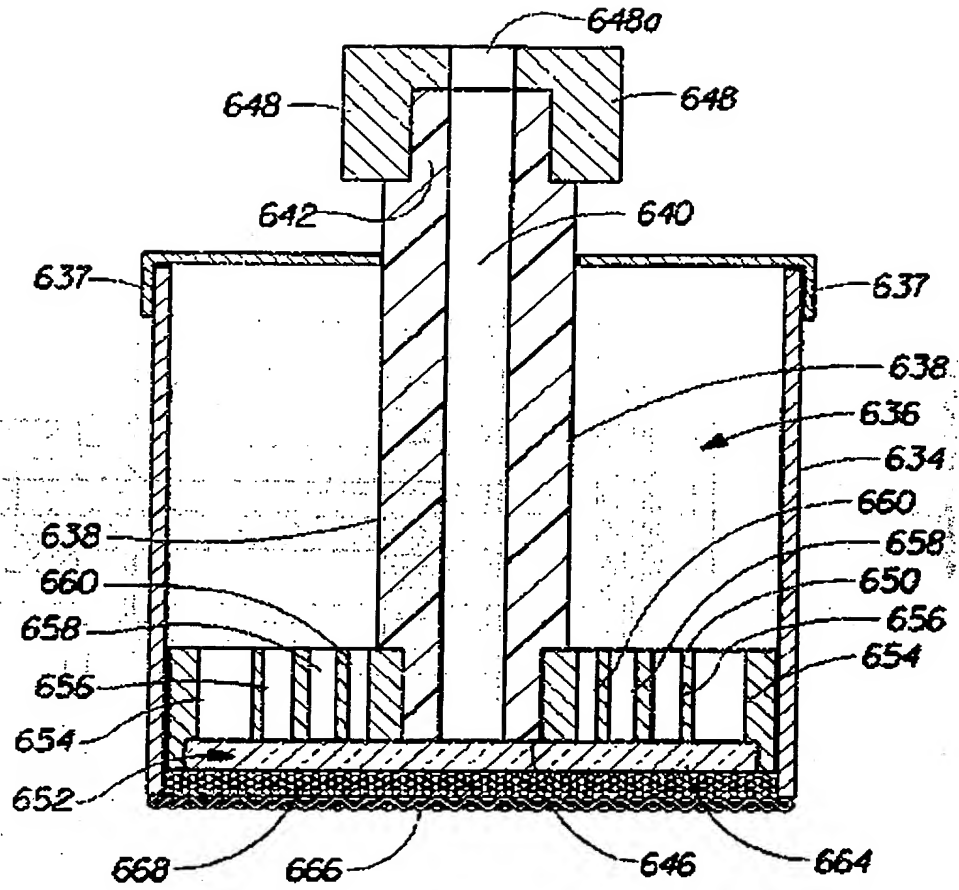


Fig. 3

【図 4】

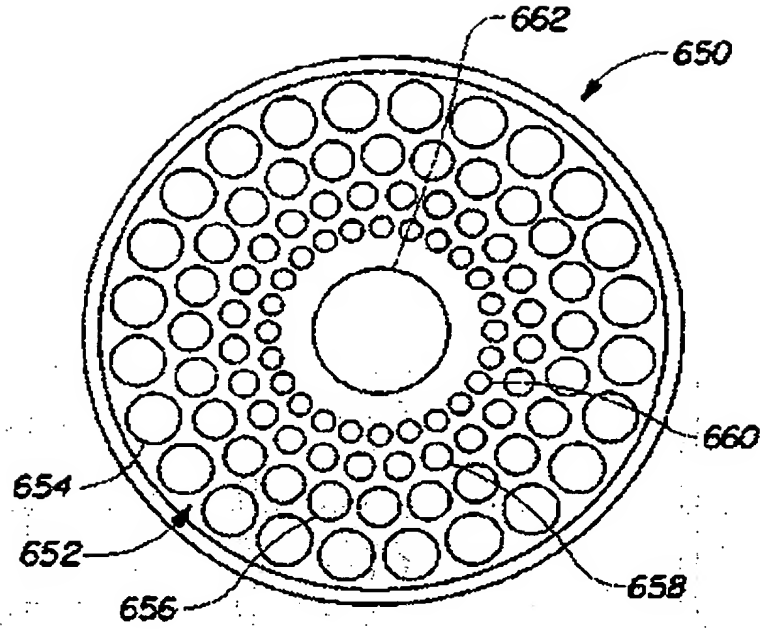


Fig. 4

【图 5】

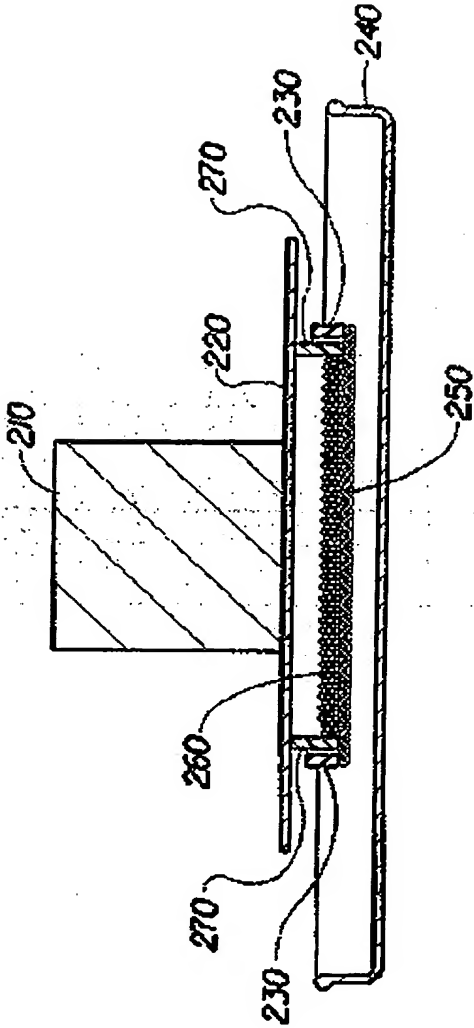


Fig. 5

【图 6】

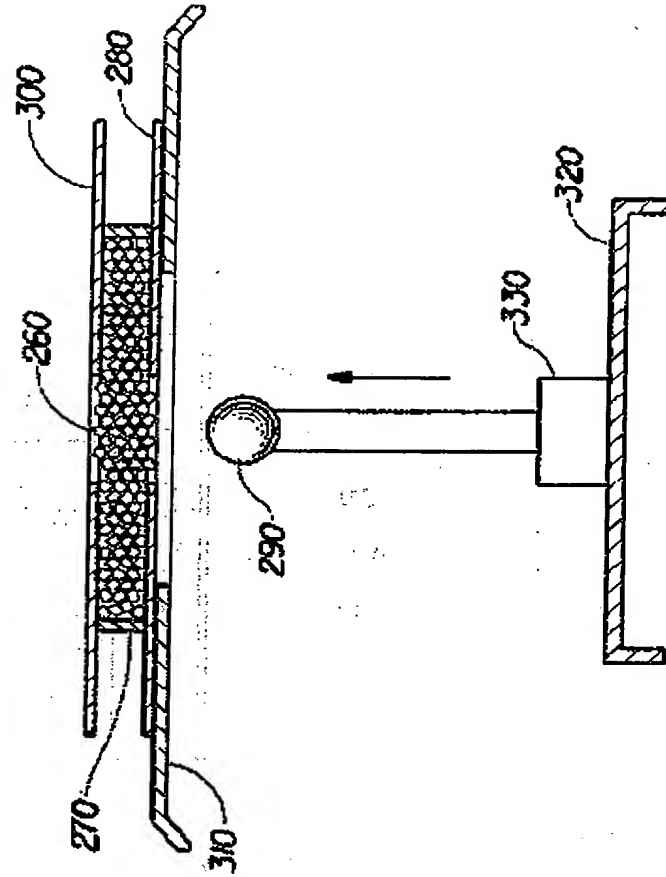


Fig. 6

【図7】

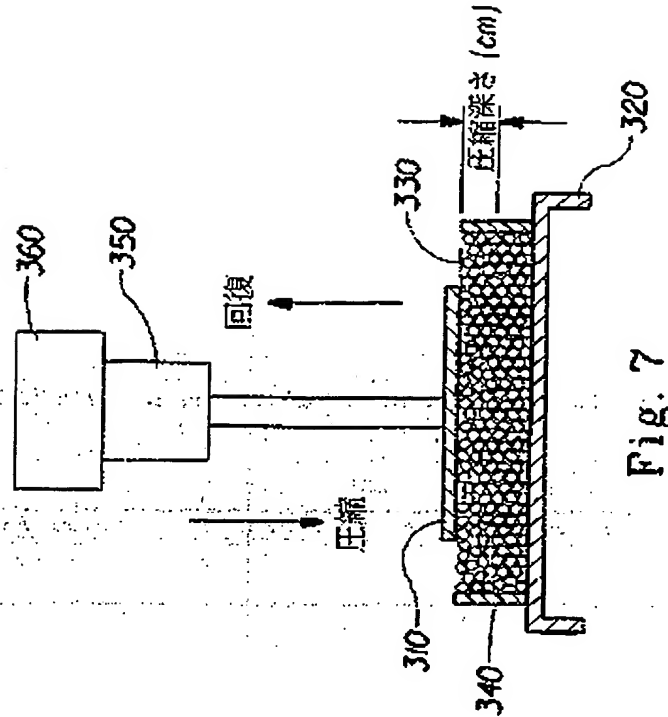
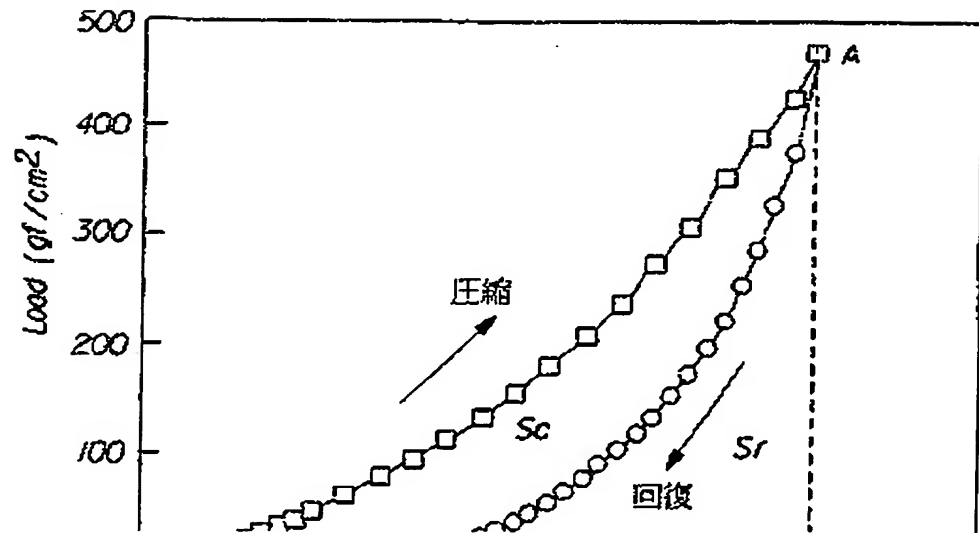


Fig. 7

【図8】



【図9】

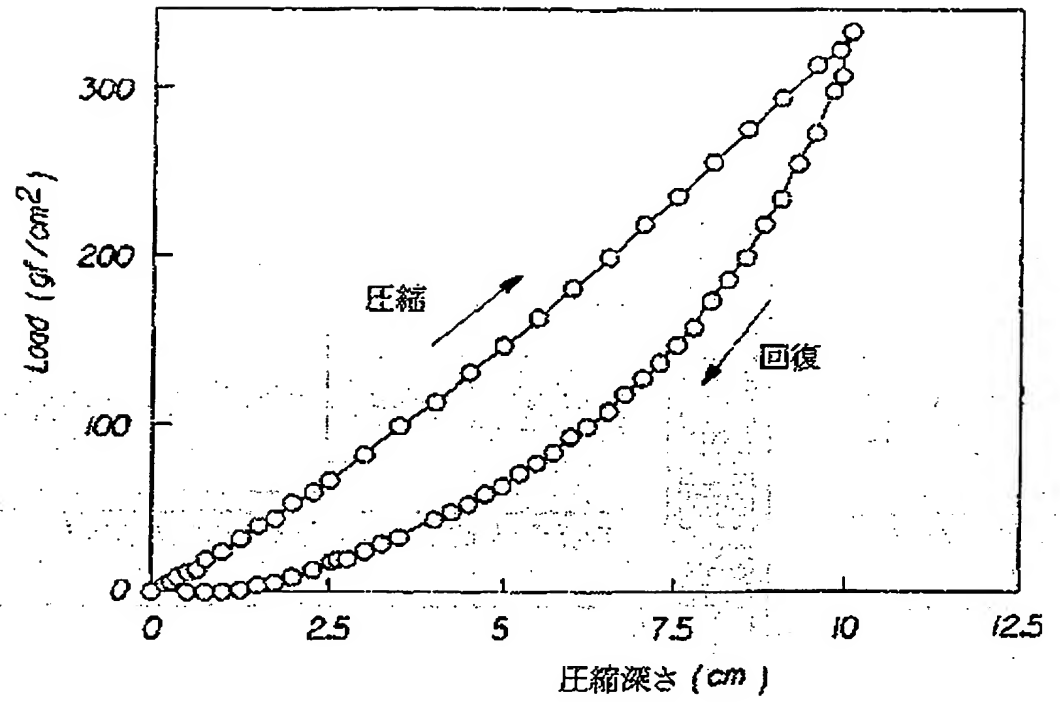


Fig. 9

【図10】

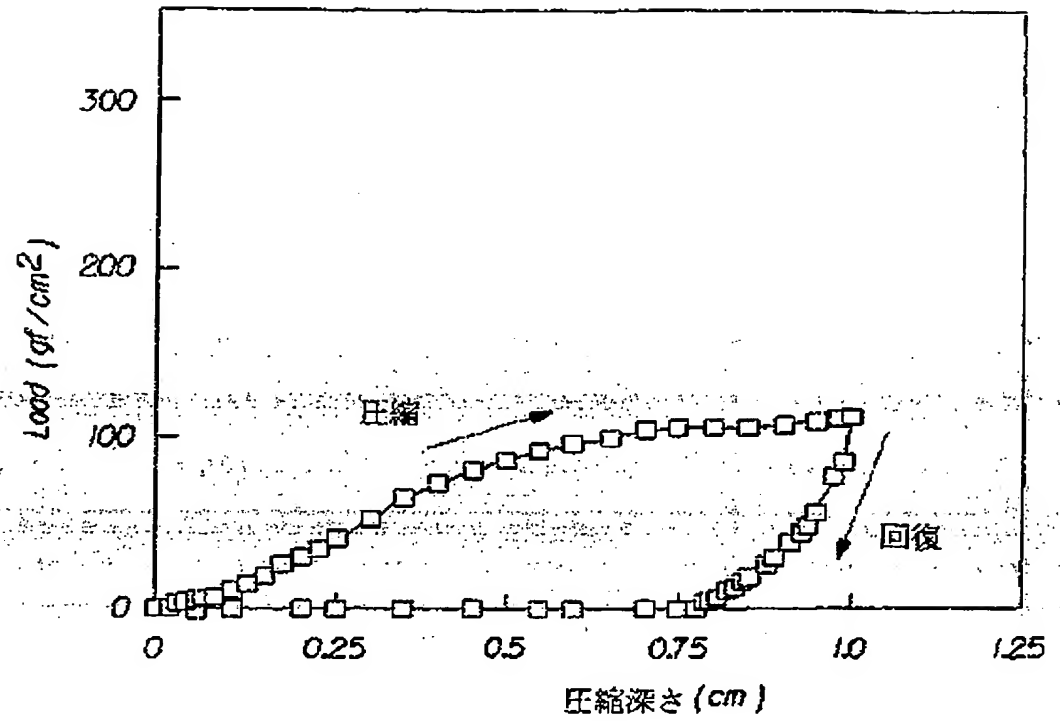


Fig. 10

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. Application No.
PCT/US 95/01061

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 6 A61L15/60 A61L15/42 C08J3/12 //C08L101:14

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 A61L C08J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim
X	EP,A,0 493 011 (NIPPON CATALYTIC CHEM IND) 1 July 1992 see page 4, line 52 - page 5, line 7 see page 5, line 56 - page 6, line 12 see claims: examples ---	1-5,7-11
A	EP,A,0 474 443 (NIPPON CATALYTIC CHEM IND) 11 March 1992 see page 3, line 27 - line 56; examples: table 1 see page 4, line 21 - line 41 ---	6
A	WD,A,93 25735 (COURTAULDS FIBRES HOLDINGS LIM ;AKERS PAUL JOHN (GB); BRUNSKILL WI) 23 December 1993 see page 3, line 5 - line 18; claims 1,4 ---	1

-/-

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed as annex.

* Special categories of cited documents:

- "A" documents defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" documents which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another document or other special reason (as specified)
- "O" documents referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" documents of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is considered with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern 12 Application No
PCT/US 95/01061

C/(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP, A, 0 019 371 (UNILEVER PLC ; UNILEVER NV (NL)) 26 November 1980 see page 5, line 1 - line 12 ----	1
A	EP, A, 0 248 963 (AMERICAN COLLOID CO) 16 December 1987 -----	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

 Inventor Application No
 PCT/US 95/01061

Patent documents cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP-A-0493011	01-07-92	JP-A- 5031362	09-02-93
		US-A- 5382610	17-01-95
		JP-A- 5096159	20-04-93
EP-A-0474443	11-03-92	JP-A- 4119156	20-04-92
		JP-A- 4119157	20-04-92
		CA-A- 2049861	01-03-92
		US-A- 5195999	23-03-93
WO-A-9325735	23-12-93	CA-A- 2137828	23-12-93
		EP-A- 0644958	29-03-95
EP-A-0019371	26-11-80	AT-T- 6033	15-02-84
		CA-A- 1152483	23-08-83
		JP-A- 55146153	14-11-80
		JP-B- 62047541	08-10-87
EP-A-0248963	16-12-87	US-A- 4755562	05-07-89
		CA-A- 1276370	13-11-90
		DE-A- 3686884	05-11-92
		US-A- 4820773	11-04-89
		US-A- 4824901	25-04-89
		US-A- 4954562	04-09-90
		US-A- 4985518	15-01-91

フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁹	識別記号	片内整理番号	F I	
C 08 J 3/12	C E R	7535-3B	A 4 1 B 13/02	D

(31)優先権主張番号 08/298,878

(32)優先日 1994年8月31日

(33)優先権主張国 米国(US)

(81)指定国 EP(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, M, C, NL, PT, SE), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AP(KE, MW, SD, SZ), AM, AU, BB, BG, BR, BY, CA, CN, CZ, F, I, HU, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LK, LR, LT, LV, MD, MG, MN, MX, NO, NZ, PL, RO, RU, SI, SK, TJ, TT, U, A, UZ, VN

(72)発明者 林 由美子

兵庫県神戸市長田区長田天神町5-6-19